

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-299730

(43)Date of publication of application : 25.11.1997

(51)Int.Cl.

B01D 46/00

B01D 39/20

// F01N 3/02

(21)Application number : 08-114523

(71)Applicant : MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD

(22)Date of filing : 09.05.1996

(72)Inventor : WADA SHINJI
NAGAI NOBUAKI
MURANO YUICHI
IKEDA YUKINORI
WATANABE KOICHI

(54) WASTE GAS FILTER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a filter having a high dimensional precision and excelling in vibration resistance and thermal shock resistance by mixing and sintering aluminum titanate, aluminum titanate, of a smaller diameter, or alumina, titania of smaller size than the former, and a SiO₂ component under specified conditions.

SOLUTION: First particles consisting of aluminum titanate, second particles consisting of aluminum titanate, alumina or titania of an average particle diameter smaller than that of the first particles, and a SiO₂ component are mixed and sintered to form a waste gas filter consisting of a honeycomb structure. At that time, the weight of the first particles is made larger than that of the second particles, and the SiO₂ component is made about 2-9wt.% of the total weight of the mixture. In this way, the dimensional precision of the filter is made good, and vibration resistance and thermal shock resistance are improved to enhance durability and reliability.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

* NOTICES *

JPPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] (a) the first particle which consists of aluminum titanate, and (b) -- with the second particle which consists of aluminum titanate at least with a mean diameter smaller than said first particle (c) It is the exhaust gas filter which consists of a honeycomb structure object which sintered the mixture containing SiO₂ component. The exhaust gas filter characterized by for there being more weight of said first particle in said mixture than the weight of said second particle, and containing said SiO₂ component two to 9% of the weight to the total weight of said mixture.

[Claim 2] (a) the first particle which consists of aluminum titanate, and (b) -- with the second particle which consists of the small alumina and small titania of a mean diameter rather than said first particle at least (c) It is the exhaust gas filter which consists of a honeycomb structure object which sintered the mixture containing SiO₂ component. The exhaust gas filter characterized by for there being more weight of said first particle in said mixture than the weight of said second particle, and containing said SiO₂ component two to 9% of the weight to the total weight of said mixture.

[Claim 3] Claim 1 to which mean particle diameter of said first particle is characterized by being 11-26 micrometers, or an exhaust gas filter given in any 1 of 2.

[Claim 4] Claim 1 to which mean particle diameter of said second particle is characterized by being 0.5-2 micrometers thru/or an exhaust gas filter given in any 1 of 3.

[Claim 5] the ratio of the area Sa which said first particle in the wall surface of the grid wall of said honeycomb structure object occupies, and the area Sb which said second particle occupies -- claim 1 to which Sb/Sa is characterized by being 0.02-0.10 thru/or an exhaust gas filter given in any 1 of 4.

[Claim 6] thickness Ta of the peripheral wall of said honeycomb structure object, and the ratio of thickness Tb of a grid wall -- claim 1 to which Ta/Tb is characterized by being 1.0-3.0 thru/or an exhaust gas filter given in any 1 of 5.

[Claim 7] Claim 2 characterized by the mean particle diameter of the aluminum titanate compounded from said titania and alumina being 1-3 micrometers in said grid wall of said honeycomb structure object thru/or an exhaust gas filter given in any 1 of 6.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the exhaust gas filter which carries out uptake of the particulate matter in the exhaust gas discharged by internal combustion engines, such as a diesel power plant.

[0002]

[Description of the Prior Art] In connection with the environmental problem of the earth having aggravated in recent years, the technique in which an exhaust gas filter etc. removes the particulate matter discharged from a diesel power plant etc. is needed, and development of an exhaust gas filter is performed briskly. Below, drawing 4 and drawing 5 are used and explained about the structure of the conventional exhaust gas filter.

[0003] the perspective view of the exhaust gas filter of the former [drawing 4] -- it is -- some exhaust gas filters of the former [drawing 5] -- it is a sectional view. In drawing 4 and drawing 5, in 9, **** and 12 show a grid wall and, as for a peripheral wall and 10, 13 shows the cel, as for a grid and 11. As shown in drawing 4 R> 4 and drawing 5, an exhaust gas filter consists of honeycomb structure objects, such as ceramics divided into the grid 10. In the grid wall 12, it has many holes, **** 11 is made by the end of the cel 13 divided with the grid wall 12, and this **** 11 is formed in the end face of the opposite side in the adjacent cel 13. Although the exhaust gas which flowed in the exhaust gas filter which has such a configuration moves to the next cel as the arrow head of drawing 5 showed through the hole of the grid wall 12, the particulate matter contained in exhaust gas in that case is filtered, and uptake of it is carried out to an exhaust gas filter. If the amount of uptake of this particulate matter reaches a predetermined value, playback of the exhaust gas filter which particulate matter is burned and is removed from an exhaust gas filter will be performed. That is, it is used for the uptake of particulate matter, and playback of an exhaust gas filter by the exhaust gas filter, repeating. The electric heater method which playback of an exhaust gas filter heats and lights particulate matter by the electric heater arranged in the inflow [of exhaust gas] or outflow side, and is burned is mainly used. Although the combustion temperature at this time is controlled by the flow rate of the air supplied in an exhaust gas filter etc., the part into which particulate matter has burned, and the part which has not burned exist in an exhaust gas filter in fact. Therefore, coefficient of thermal expansion is small and the exhaust gas filter excellent in vibratility-proof and thermal shock resistance is demanded so that it may have sufficient endurance to the stress generated with such a heat gradient.

[0004] Although the exhaust gas filter using cordierite had been conventionally used to such a demand, with the exhaust gas filter, the abnormal combustion which burns at temperature very higher than the usual combustion temperature at the time of playback may be produced, and cordierite had the problem of carrying out an erosion, by this. This abnormal combustion is difficult to detect correctly the amount of the particulate matter by which uptake is carried out to an exhaust gas filter, and it originates in differing about **40% to the desired value from which the actual amount of uptake serves as a reproductive standard in the present condition. That is, when uptake of a lot of particulate matter than desired value is carried out, abnormal combustion arises by promoting combustion of particulate matter rapidly. Moreover, with the exhaust gas filter which consists of cordierite, since about 1400 degrees C can maintain a configuration, they is presumed that the exhaust gas filter has reached even temperature higher than this at the time of abnormal combustion. the amount of uptake in each cel of an erosion or the uptake capacity of the grain child-like matter formed into a form status change not only declining [an exhaust gas filter] by such abnormal combustion but an exhaust gas filter -- dispersion -- being generated -- a new erosion -- inducing -- just -- being alike -- the function of an exhaust gas filter may fall and abnormalities may be caused to an engine.

Then, development of the exhaust gas filter using aluminum titanate as an ingredient replaced with cordierite has been performed. The melting temperature of aluminum titanate has good thermal resistance compared with cordierite above 1700 degrees C, and has the endurance which was excellent also to the abnormal combustion of an exhaust gas filter. On the other hand, the mechanical strength was low in existence of the micro crack by the anisotropy of a crystallographic axis, and it also had the problem that decomposed into an alumina and a titania near 750-1200 degree C, and thermal expansion became large. 1 - 10% of the weight of SiO₂, 1 - 10% of the weight of aluminum 2O₃, and 0.1 - 5% of the weight of Fe 2O₃ were added to aluminum titanate, or to such a problem, 1 - 10% of the weight of MgO and 0.5 - 10% of the weight of SiO₂ were added to aluminum titanate as indicated by JP,1-249657,A, as indicated by JP,63-11585,A, and the technique used as a sintered compact has been proposed. These addition components have the operation which controls decomposition of aluminum titanate while raising the reinforcement between the crystal grain children of aluminum titanate by existing as the solid solution with aluminum titanate. Especially, when the diameter of crystal grain of aluminum titanate is comparatively small, or when the sintered density of a sintered compact is high, it acts effectively.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, with the exhaust gas filter using the above-mentioned conventional aluminum titanate, in order to make low coefficient of thermal expansion of a sintered compact, it needed to calcinate at the elevated temperature 1450 degrees C or more, and when the diameter of crystal grain of aluminum titanate was small, contraction at the time of baking had the trouble that dimensional accuracy worsened greatly. On the other hand, although it was in the inclination for decomposition of aluminum titanate to also be controlled since a crystal grain child's specific surface area was small while the dimensional accuracy of a sintered compact became good when the diameter of crystal grain of aluminum titanate was large, the mechanical strength had the trouble that fell remarkably and vibratility-proof and thermal shock resistance were spoiled.

[0006] This invention solves the above-mentioned conventional trouble, and dimensional accuracy is good and it aims at offering the exhaust gas filter excellent in vibratility-proof and thermal shock resistance.

[0007]

[Means for Solving the Problem] the first particle which this invention becomes from (a) aluminum titanate, and (b) -- rather than the first particle at least with the second particle which consists of the second particle which consists of aluminum titanate at least with a mean diameter smaller than the first particle or an alumina with a small mean diameter, and a titania (c) It is the exhaust gas filter which consists of a honeycomb structure object which sintered the mixture containing SiO₂ component, and there is more weight of the first particle in mixture than the weight of the second particle, and it consists of a configuration that SiO₂ component is contained two to 9% of the weight to the total weight of said mixture. By this configuration, dimensional accuracy is good and becomes possible [offering the exhaust gas filter excellent in vibratility-proof and thermal shock resistance].

[0008]

[Embodiment of the Invention] The first particle which invention of this invention according to claim 1 becomes from (a) aluminum titanate, (b) The second particle which consists of aluminum titanates at least with a mean diameter smaller than the first particle, (c) It is the exhaust gas filter which consists of a honeycomb structure object which sintered the mixture containing SiO₂ component. There is more weight of the first particle in mixture than the weight of the second particle, and it supposes that SiO₂ component is contained two to 9% of the weight to the total weight of mixture, and has an operation that dimensional accuracy is good and the exhaust gas filter excellent in vibratility-proof and thermal shock resistance is obtained. Since the inclination for the decomposition reaction of aluminum titanate to become easy to occur is produced as the weight ratio of SiO₂ component becomes smaller than 2 % of the weight, and the inclination for contraction at the time of baking to become large is produced as it becomes large rather than 9 % of the weight, neither is desirable.

[0009] The first particle which invention of this invention according to claim 2 becomes from (a) aluminum titanate, (b) The second particle which consists of small titanias and aluminas of a mean diameter rather than the first particle at least, (c) It is the exhaust gas filter which consists of a honeycomb structure object which sintered the mixture containing SiO₂ component. There is more weight of the first particle in mixture than the weight of the second particle, and it supposes that SiO₂ component is contained two to 9% of the weight to the total weight of mixture, and has an operation that dimensional accuracy is good and the exhaust gas filter excellent in vibratility-proof and thermal shock resistance is obtained. Since the inclination for the decomposition reaction of aluminum titanate to become easy to occur is produced as the weight ratio of

SiO₂ component becomes smaller than 2 % of the weight, and the inclination for contraction at the time of baking to become large is produced as it becomes large rather than 9 % of the weight, neither is desirable.

[0010] In invention given in claim 1 or any 1 of 2, it has an operation that the decomposition reaction of aluminum titanate is controlled while the mean particle diameter of the first particle presupposes that it is invention of this invention according to claim 3 11-26 micrometers and it raises the dimensional accuracy of an exhaust gas filter. Since it will produce the inclination for the decomposition reaction of aluminum titanate to become easy to occur if the mean diameter of the first particle is smaller than 11 micrometers, and the inclination for the mechanical strength of an exhaust gas filter to fall will be produced if larger than 26 micrometers, neither is desirable.

[0011] In invention given in claim 1 thru/or any 1 of 3, the mean particle diameter of the second particle presupposes that it is invention of this invention according to claim 4 0.5-2 micrometers, and it has an operation that the dimensional accuracy of an exhaust gas filter improves, by controlling the contraction at the time of sintering. Since it will produce the inclination for contraction at the time of baking to become large if the mean particle diameter of the second particle is smaller than 0.5 micrometers, and the inclination for the mechanical strength of an exhaust gas filter to fall will be produced if larger than 2 micrometers, neither is desirable.

[0012] Invention of this invention according to claim 5 is set to invention given in claim 1 thru/or any 1 of 4. the ratio of the area Sa which the first particle in the wall surface of the grid wall of a honeycomb structure object occupies, and the area Sb which the second particle occupies -- Sb/Sa When it supposes that it is 0.02-0.10 and particle size makes the rate of small aluminum titanate low, it has an operation that decomposition of aluminum titanate can be controlled effectively. Since it will produce the inclination for the mechanical strength of an exhaust gas filter to fall if Sb/Sa is smaller than 0.02, and the inclination for contraction at the time of baking to become [the decomposition reaction of aluminum titanate] being easy to happen greatly will be produced if larger than 0.10, neither is desirable.

[0013] invention of this invention according to claim 6 -- invention given in claim 1 thru/or any 1 of 5 -- setting -- thickness Ta of the peripheral wall of a honeycomb structure object, and the ratio of thickness Tb of a grid wall -- Ta/Tb decides to be 1.0-3.0 and has an operation that the mechanical strength in the periphery section of a honeycomb structure object improves. Since it will produce the inclination for a mechanical strength to fall if Ta/Tb is smaller than 1.0, and the inclination for the moldability of the periphery section at the time of fabricating on a honeycomb structure object to worsen will be produced if larger than 3.0, neither is desirable.

[0014] Invention of this invention according to claim 7 has an operation that the reinforcement of a honeycomb structure object improves while supposing that the mean diameter of the aluminum titanate compounded from the titania and the alumina in the grid wall of a honeycomb structure object in invention given in claim 2 thru/or any 1 of 6 is 1-3 micrometers and controlling the decomposition reaction of the aluminum titanate which is the 1st particle. Since it will produce the inclination for contraction at the time of baking to become large if the mean particle diameter of the compounded aluminum titanate is smaller than 1 micrometer, and the inclination for the mechanical strength of an exhaust gas filter to fall will be produced if larger than 3 micrometers, neither is desirable.

[0015] Below, the example of the gestalt of operation of this invention is explained. Drawing 1 - drawing 3 explain the exhaust gas filter in the gestalt of 1 operation of this invention.

[0016] Drawing 1 is the perspective view of the exhaust gas filter in the gestalt of 1 operation of this invention, an exhaust gas filter [in / in drawing 2 / the gestalt of 1 operation of this invention] is a sectional view a part, and drawing 3 is the extension mimetic diagram of the grid wall of the exhaust gas filter in the gestalt of 1 operation of this invention. In drawing 1 - drawing 3 , in 1, a peripheral wall and 2 show a grid and the aluminum titanate by which a grid wall and 5 were compounded for ***** and 4, and the 1st particle and 7 were compounded [3] for a cel and 6 from the 2nd particle or the titania, and the alumina, and 8 shows the hole. As shown in drawing 1 - drawing 3 , the exhaust gas filter in the gestalt of this operation consists of a honeycomb structure object divided into the grid 2, in the grid wall 4, it has many holes 8, ***** 3 is made by the end of the cel 5 divided with the grid wall 4, and this ***** 3 is formed in the end face of the opposite side in the adjacent cel. Although the exhaust gas which flowed in the exhaust gas filter which has such a configuration moves to the next cel as the arrow head of drawing 2 showed through the hole 8 of the grid wall 4, the particulate matter contained in exhaust gas in a hole 8 in that case is filtered, and uptake of it is carried out to an exhaust gas filter. The exhaust gas filter in the gestalt of this operation differing from the conventional example is that aluminum titanate with a particle size smaller than the 1st particle compounded from the small titania and small alumina of particle size rather

than the 1st particle which consists of aluminum titanate as shown in drawing 3, and the 2nd particle or the 1st particle which consists of aluminum titanate with a particle size smaller than the 1st particle is included. This configuration enables it to raise the mechanical strength of an exhaust gas filter, while being able to make contraction at the time of sintering small.

[0017] As mentioned above, according to the gestalt of this operation, dimensional accuracy becomes it is good and possible [offering the exhaust gas filter excellent in vibratility-proof and thermal shock resistance].

[0018] In addition, in the gestalt of this operation, although considered as the cylinder-like honeycomb structure object, it is not limited to especially this configuration. Moreover, although the configuration of a grid was used as the square, it may not be limited to especially this and which configurations, such as a triangle, a hexagon, other polygons, and a round shape, are sufficient.

[0019] Next, an example, the example of an experiment, and the example of a comparison explain this invention.

[0020]

[Example]

(Example) The ceramic mixture which mixed the mixture of the 1st particle which consists of aluminum titanate of 11 micrometers of mean diameters of 98 weight sections, and SiO₂ of 2 weight sections, and the mixture of the 2nd particle which consists of aluminum titanate of 0.5 micrometers of mean diameters of 2 weight sections, and SiO₂ of 2 weight sections was obtained. In addition, the mean particle diameter in this example is the arithmetic mean value of the particle size measured with the laser type particle-size-distribution measuring instrument. The mixture which blended dryly the methyl cellulose 14 weight section with the resin powder 11 weight section by the mixer as a binder as an ostomy agent for forming a hole was obtained to this ceramic mixture 100 weight section. After adding the glycerol which is the plasticizer of 5 weight sections, and the water of 25 weight sections to this mixture to the ceramic mixture 100 weight section, with a kneader and 3 rollers, it mixed and kneaded and plastic matter-like mixture was obtained.

This plastic matter-like mixture was fabricated with the extrusion-molding machine on the with outer-diameter [of 142mm], and a die length of 152mm honeycomb structure object that pitch of whose it is cylindrical, and the thickness of a grid wall is about 0.4mm, and is about 3mm. After drying and stiffening this honeycomb structure object at 90 degrees C, from the predetermined edge of each cel formed in the honeycomb structure object, the slurry of the same presentation as the plastic matter mixture of the above was slushed to a depth of 5-10mm, was dried and stiffened, and ***** was formed. The honeycomb structure object with which this ***** was formed was calcinated at 1500 degrees C with the electric furnace for 4 hours, and the exhaust gas filter was produced. Ta/Tb was 1.0 as a result of measuring thickness Tb of thickness Ta of a peripheral wall, and a grid wall about the exhaust gas filter in this example. Moreover, the grid wall of the exhaust gas filter in this example was observed with the electron microscope. Sa/Sb was 0.02 as a result of computing the area Sa which the first particle occupies by distinction of the first particle and the second particle being possible from the difference in particle size, and carrying out graphics processing of the photograph of a wall surface, and the area Sb which the second particle occupies from the photograph of the photoed wall surface.

[0021] Next, the test method of the oscillating-proof sex test carried out about the exhaust gas filter in this example and a thermal-shock-resistance trial is explained to the burning shrinkage measured about the exhaust gas filter in this example, and the measuring method list of a mechanical strength. Burning shrinkage was computed by (the formula 1) from the outer diameter L1 of the exhaust gas filter before baking, and the outer diameter L2 of the exhaust gas filter after baking.

[0022]

Burning shrinkage (%) = $100 (L1 - L2) / L1 \dots$ (formula 1)

the direction of passage of the exhaust gas with which a mechanical strength flows the inside of an exhaust gas filter -- the compressive strength to kick was measured 10 times using the universal testing machine, and the average was computed. After the oscillating-proof sex test covered the periphery of an exhaust gas filter with INTARAMU 3M heat insulator of about 5mm thickness, and containing in the container made from stainless steel of 1.5mm thickness as casing, the temperature-and-humidity oscillating compound accelerated test machine performed it on condition that the vibration frequency of 67Hz, and vibration acceleration 10G based on autparts vibration test approach JIS-D1601. Moreover, vibration periods were made right and left and made them 2 hours up and down in order for 2 hours for 4 hours. After performing the above-mentioned oscillating-proof sex test, the differential pressure at the time of the inflow when circulating air in an exhaust gas filter using a pressure loss measuring device and an outflow was measured.

In addition, evaluation of the oscillating-proof sex test was judged to be a thing without destruction, only when the differential pressure at the time of an inflow and an outflow was zero mostly. In the thermal-shock-resistance trial, after it carried out aeration of the air containing acetylene carbon to the exhaust gas filter and it carried out specified quantity uptake to it, the uptake and the regenerative cycle which it heats [regenerative cycle] by the electric heater arranged near the outflow section of an exhaust gas filter, supplying air in an exhaust gas filter, and burns the acetylene carbon by which uptake was carried out were repeated. In this uptake and regenerative cycle, after exposing a paper to the outflow section of an exhaust gas filter for several seconds on the occasion of the uptake immediately after playback, the transmittance of the light of this paper was measured with the smoke meter, and it was judged as what the exhaust gas filter destroyed in the place where this measured value became 1% or more. In addition, per unit volume of an exhaust gas filter, about 0.01 g/cm³ and electric heater temperature judged the amount of setting uptake in a thermal-shock-resistance trial to be what is excellent in thermal shock resistance when destruction is not accepted, even if it sets the flow rate of 600-700 degrees C and a supply air to 0.06m³/min and reproduces 50 times, and it stopped the trial. The measured value of the smoke meter when not using an exhaust gas filter on the above-mentioned conditions by the reference value was about 40%.

[0023] The burning shrinkage of the exhaust gas filter in this example was 11%, and the mechanical strengths were 72 kgf/cm², and since destruction was not accepted about the oscillating-proof sex test, but playback was repeated 50 times also in the thermal-shock-resistance trial and it came to accept destruction, it turned out that it has vibratility-proof and thermal shock resistance excellent in the exhaust gas filter in this example.

[0024] (Example of an experiment) By the same technique as an example, the mixture of the presentation shown in (Table 1) was calcinated, and the exhaust gas filter was produced.

[0025]

[Table 1]

試料 No.	第 1 粒 子		第 2 粒 子			SiO ₂ の重量比 (重量%)
	チタン酸 アルミニウム		チタン酸 アルミニウム	チタニア+ アルミナ		
	粒径 配合比 (μm) (重量部)	配合比 (μm) (重量部)	粒径 配合比 (μm) (重量部)	配合比 (μm) (重量部)		
A	1	11 98	0.5 2	—	—	2
	2	11 98	0.5 2	—	—	9
	3	11 90	0.5 10	—	—	2
	4	11 90	0.5 10	—	—	9
	5	26 98	0.5 2	—	—	2
	6	26 98	0.5 2	—	—	9
	7	26 90	0.5 10	—	—	2
	8	26 90	0.5 10	—	—	9
	9	11 98	—	0.5 2	2	2
	10	11 90	—	0.5 10	9	9
	11	26 98	—	0.5 2	2	2
	12	26 90	—	0.5 10	9	9
B	13	11 98	2 2	—	—	2
	14	11 98	2 2	—	—	9
	15	11 90	2 10	—	—	2
	16	11 90	2 10	—	—	9
	17	26 98	2 2	—	—	2
	18	26 98	2 2	—	—	9
	19	26 90	2 10	—	—	2
	20	26 90	2 10	—	—	9
	21	11 98	—	2 2	2	2
	22	11 90	—	2 10	9	9
	23	26 98	—	2 2	2	2
	24	26 90	—	2 10	9	9
C	25	11 98	0.5 2	—	—	2
	26	11 90	0.5 10	—	—	9
	27	26 98	0.5 2	—	—	2
	28	26 90	0.5 10	—	—	9
D	29	11 98	2 2	—	—	2
	30	11 90	2 10	—	—	9
	31	26 98	2 2	—	—	2
	32	26 90	2 10	—	—	9

[0026] In (Table 1), the compounding ratio of the 1st particle and the 2nd particle shows the mixing ratio of only the 1st particle and the 2nd particle in the weight section, and the weight ratio of SiO₂ shows the weight ratio of SiO₂ to the total weight of the 1st particle, the 2nd particle, and the mixture of SiO₂.

Moreover, when the 2nd particle is a titania and an alumina, a titania and an alumina are mixed by 1:1 by the mole ratio, and calculation of the above-mentioned compounding ratio uses the weight of the mixture of this mole ratio 1:1. Next, the partition of A group in (Table 1), B group, C group, and D group is explained. A group and C group set to 0.5 micrometers the mean diameter of the aluminum titanate or the titania which is the 2nd particle, and an alumina, and the sample which changed the particle size of the aluminum titanate which is the 1st particle, the compounding ratio of the 1st particle and the 2nd particle, and the weight ratio of SiO₂ is shown. B group and D group set to 2 micrometers the mean diameter of the aluminum titanate or the titania which is the 2nd particle, and an alumina, and the sample which changed the particle size of the aluminum titanate which is the 1st particle, the compounding ratio of the 1st particle and the 2nd particle, and the weight ratio of SiO₂ is shown. Moreover, although the configuration and dimension of the honeycomb structure object calculated from the sample of A group and B group were the same as the thing of an example, about the honeycomb structure object calculated from the sample of C group and D group, thickness of a peripheral wall was made the same [about other configurations and dimensions] as the thing of an example as about 1.2mm by about 0.6mm and D group by C group.

[0027] (Example of a comparison) For the comparison, by the same technique as an example, the mixture of the presentation shown in (Table 2) was calcinated, and the exhaust gas filter was produced.

[0028]

[Table 2]

試料 No.	第 1 粒 子		第 2 粒 子				SiO ₂ の重量比 (重量%)
	チタン酸 アルミニウム		チタン酸 アルミニウム		チタニア+ アルミナ		
	粒径 (μm)	配合比 (重量部)	粒径 (μm)	配合比 (重量部)	粒径 (μm)	配合比 (重量部)	
E	33	2 100	—	—	—	—	2
	34	11 100	—	—	—	—	9
	35	26 100	—	—	—	—	9
F	36	11 90	0.5 10	—	—	—	1
	37	26 90	0.5 10	—	—	—	1
	38	11 90	—	—	0.5 10	1	1
	39	26 90	—	—	0.5 10	1	1
G	40	11 98	0.5 2	—	—	—	12
	41	26 98	0.5 2	—	—	—	12
	42	11 98	—	—	0.5 2	12	12
	43	26 98	—	—	0.5 2	12	12

[0029] In (Table 2), the compounding ratio of the 1st particle and the 2nd particle and the weight ratio of SiO₂ are the same as that of the thing of a publication to (Table 1). Next, the partition of E group in (Table 2), F group, and G group is explained. It is the sample E group does not have [sample] the weight ratio of SiO₂ in the range of this invention although a mean diameter is the sample which it becomes from one kind of aluminum titanate, and the mixture of SiO₂ and is using the 1st particle and the 2nd particle. [in / in F group and G group / this invention] Moreover, it was made for all the honeycomb structure objects calculated from these samples to become the same [the configuration and dimension] as an example.

[0030] The test result of the oscillating-proof sex test carried out by the value which calculated Sa/Sb, the burning shrinkage measured by the same approach as an example and the measured value of a mechanical strength, and the still more nearly same approach as an example about each sample of the example of an experiment and the example of a comparison shown in (Table 1) and (Table 2), and the count of playback of a thermal-shock-resistance trial were shown in (Table 3) and (Table 4), respectively.

[0031]

[Table 3]

試料 No.	格子壁の チタン酸 アルミ ニウムの 粒径(μm)	Sb/Sa	Ta/Tb	焼成 収縮率 (%)	強度 (kgf/cm^2)	振動 試験	再生 回数
A	1	—	0.02	1.0	11	破壊 なし	50
	2	—	0.02	1.0	13	81	なし 50
	3	—	0.10	1.0	13	77	なし 50
	4	—	0.10	1.0	15	92	なし 50
	5	—	0.02	1.0	10	88	なし 50
	6	—	0.02	1.0	12	76	なし 50
	7	—	0.10	1.0	12	75	なし 50
	8	—	0.10	1.0	14	85	なし 50
	9	1	0.02	1.0	11	79	なし 50
	10	1	0.10	1.0	15	94	なし 50
	11	1	0.02	1.0	10	67	なし 50
	12	1	0.10	1.0	14	86	なし 50
B	13	—	0.02	1.0	10	67	なし 50
	14	—	0.02	1.0	12	77	なし 50
	15	—	0.10	1.0	12	72	なし 50
	16	—	0.10	1.0	14	88	なし 50
	17	—	0.02	1.0	9	64	なし 50
	18	—	0.02	1.0	11	74	なし 50
	19	—	0.10	1.0	11	71	なし 50
	20	—	0.10	1.0	13	81	なし 50
	21	3	0.02	1.0	10	66	なし 50
	22	3	0.10	1.0	14	89	なし 50
	23	3	0.02	1.0	9	64	なし 50
	24	3	0.10	1.0	13	82	なし 50
C	25	—	0.02	1.5	11	—	なし 50
	26	—	0.10	3.0	15	—	なし 50
	27	—	0.02	1.5	10	—	なし 50
	28	—	0.10	3.0	14	—	なし 50
D	29	—	0.02	1.5	10	—	なし 50
	30	—	0.10	3.0	14	—	なし 50
	31	—	0.02	1.5	9	—	なし 50
	32	—	0.10	3.0	13	—	なし 50

[0032]

[Table 4]

試料 No.	格子壁の チタン酸 アルミ ニウムの 粒径(μm)	Sb/Sa	Ta/Tb	焼成 収縮率 (%)	強度 (kgf/cm^2)	振動 試験	再生 回数
E	33	—	—	1.0	21	—	—
	34	—	—	1.0	14	35	破壊 50
	35	—	—	1.0	13	32	破壊 50
F	36	—	0.10	1.0	11	38	破壊 9
	37	—	0.10	1.0	10	34	破壊 12
	38	1	0.10	1.0	11	38	破壊 4
	39	1	0.10	1.0	10	34	破壊 8
G	40	—	0.02	1.0	23	—	—
	41	—	0.02	1.0	22	—	—
	42	1	0.02	1.0	23	—	—
	43	1	0.02	1.0	22	—	—

[0033] Moreover, the mean particle diameter for which it asked about the aluminum titanate compounded from the titania and the alumina was also shown from microscope observation of the grid wall of the exhaust gas filter which calculated the sample which used the titania and the alumina for the 2nd particle for Table 3 Reaching (Table 4). In addition, about the sample in which burning shrinkage exceeded 20%, since

configurations differed remarkably baking before in appearance, measurement of a mechanical strength, the oscillating-proof sex test, and a thermal-shock-resistance trial were not performed. Moreover, about the sample of C group of (Table 1), and D group, since other samples differed from the thickness of a peripheral wall, measurement of a mechanical strength was not performed but the result of burning shrinkage and the oscillating-proof sex test and the count of playback of a thermal-shock-resistance trial were shown in (Table 3).

[0034] The comparison with E group of (Table 3) and a (Table 4) showed that burning shrinkage was also small, while the mean diameter excelled [filter / in / to the exhaust gas filter in the example of a comparison using one kind of aluminum titanate / the example of an experiment / exhaust gas] in vibratility-proof and thermal shock resistance. Moreover, from the comparison with F group of (Table 3) and a (Table 4), and G group, the exhaust gas filter in the example of an experiment which made the weight ratio of SiO_2 2 - 9 % of the weight found that burning shrinkage was also small while it was excellent in vibratility-proof and thermal shock resistance.

[0035] In addition, the diameter of a hole of the exhaust gas filter in an example and the example of an experiment, and the example of a comparison was 7-11 micrometers, and the void content was 33 - 38%. [0036]

[Effect of the Invention] As mentioned above, according to this invention, since dimensional accuracy of an exhaust gas filter can be improved, the outstanding effectiveness of becoming possible to offer the good exhaust gas filter of productivity and mass-production nature is acquired. Moreover, according to this invention, since the vibratility-proof and thermal shock resistance of an exhaust gas filter can be raised, the outstanding effectiveness of becoming possible to offer the exhaust gas filter which was excellent in dependability endurance and over a long period of time is acquired.

[Translation done.]

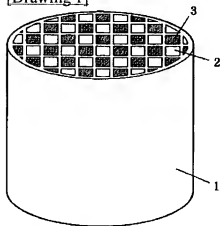
* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

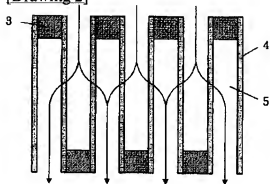
- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

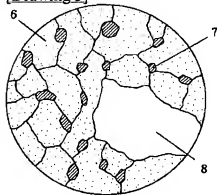
[Drawing 1]



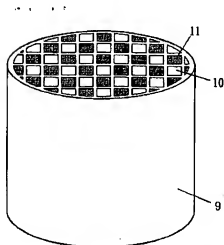
[Drawing 2]



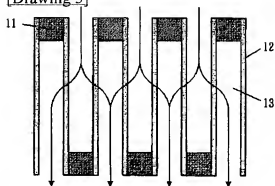
[Drawing 3]



[Drawing 4]



[Drawing 5]



[Translation done.]

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-299730

(43)Date of publication of application : 25.11.1997

(51)Int.Cl.

B01D 46/00

B01D 39/20

// F01N 3/02

(21)Application number : 08-114523

(71)Applicant : MATSUSHITA ELECTRIC IND CO
LTD

(22)Date of filing : 09.05.1996

(72)Inventor : WADA SHINJI
NAGAI NOBUAKI
MURANO YUICHI
IKEDA YUKINORI
WATANABE KOICHI

(54) WASTE GAS FILTER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a filter having a high dimensional precision and excelling in vibration resistance and thermal shock resistance by mixing and sintering aluminum titanate, aluminum titanate, of a smaller diameter, or alumina, titania of smaller size than the former, and a SiO₂ component under specified conditions.

SOLUTION: First particles consisting of aluminum titanate, second particles consisting of aluminum titanate, alumina or titania of an average particle diameter smaller than that of the first particles, and a SiO₂ component are mixed and sintered to form a waste gas filter consisting of a honeycomb structure. At that time, the weight of the first particles is made larger than that of the second particles, and the SiO₂ component is made about 2-9wt.% of the total weight of the mixture. In this way, the dimensional precision of the filter is made good, and vibration resistance and thermal shock resistance are improved to enhance durability and reliability.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-299730

(43) 公開日 平成9年(1997)11月25日

(51) Int. Cl.*	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 01 D 48/00 39/20	3 0 2		B 01 D 48/00 39/20	3 0 2 Z
// F 01 N 3/02	3 0 1		F 01 N 3/02	3 0 1 C

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願平8-114523

(22) 出願日 平成8年(1996)5月9日

(71) 出願人 000005821

松下電器産業株式会社
大阪府門真市大字門真1006番地

(72) 発明者 和田 信二

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(72) 発明者 永井 伸明

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(72) 発明者 村野 雄一

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 滝本 智之 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 排ガスフィルタ

(57) 【要約】

【課題】 寸法精度が良く、耐振動性及び耐熱衝撃性に優れた排ガスフィルタを提供することを目的としている。

【解決手段】 (a) チタン酸アルミニウムからなる第一粒子と、(b) 少なくとも第一粒子よりも粒径の小さいチタン酸アルミニウムからなる第二粒子又は少なくとも第一粒子よりも粒径の小さいチタニア及びアルミナからなる第二粒子と、(c) SiO₂成分と、を含む混合物を焼結したハニカム構造体からなる排ガスフィルタであって、混合物中における第一粒子の重量が第二粒子の重量よりも多く、第三粒子が混合物の全重量に対して2〜9重量%含まれていることにより、寸法精度が良く、耐振動性及び耐熱衝撃性に優れた排ガスフィルタを提供することが可能となる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】(a) チタン酸アルミニウムからなる第一粒子と、(b) 少なくとも前記第一粒子よりも平均粒径の小さいチタン酸アルミニウムからなる第二粒子と、

(c) SiO_2 成分と、を含む混合物を焼結したハニカム構造体からなる排ガスフィルタであって、前記混合物中における前記第一粒子の重量が前記第二粒子の重量よりも多く、前記 SiO_2 成分が前記混合物の全重量に対して2～9重量%含まれていることを特徴とする排ガスフィルタ。

【請求項2】(a) チタン酸アルミニウムからなる第一粒子と、(b) 少なくとも前記第一粒子よりも平均粒径の小さいアルミナ及びチタニアからなる第二粒子と、

(c) SiO_2 成分と、を含む混合物を焼結したハニカム構造体からなる排ガスフィルタであって、前記混合物中における前記第一粒子の重量が前記第二粒子の重量よりも多く、前記 SiO_2 成分が前記混合物の全重量に対して2～9重量%含まれていることを特徴とする排ガスフィルタ。

【請求項3】前記第一粒子の平均粒径が、 $1.1 \sim 2.6 \mu\text{m}$ であることを特徴とする請求項1又は2の内のいずれか1に記載の排ガスフィルタ。

【請求項4】前記第二粒子の平均粒径が、 $0.5 \sim 2 \mu\text{m}$ であることを特徴とする請求項1乃至3の内のいずれか1に記載の排ガスフィルタ。

【請求項5】前記ハニカム構造体の格子壁の壁面における前記第一粒子の占める面積 S_a と前記第二粒子の占める面積 S_b の比 S_b/S_a が、 $0.02 \sim 0.10$ であることを特徴とする請求項1乃至4の内のいずれか1に記載の排ガスフィルタ。

【請求項6】前記ハニカム構造体の外周壁の厚み T_a と格子壁の厚み T_b の比 T_a/T_b が、 $1.0 \sim 3.0$ であることを特徴とする請求項1乃至5の内のいずれか1に記載の排ガスフィルタ。

【請求項7】前記ハニカム構造体の前記格子壁において、前記チタニア及びアルミナから合成されたチタン酸アルミニウムの平均粒径が $1 \sim 3 \mu\text{m}$ であることを特徴とする請求項2乃至6の内のいずれか1に記載の排ガスフィルタ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はディーゼルエンジン等の内燃機関から排出される排気ガス中の粒子状物質を捕集する排ガスフィルタに関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、地球の環境問題が深刻化したことに伴い、ディーゼルエンジン等から排出される粒子状物質を排ガスフィルタ等で除去する技術が必要とされており、排ガスフィルタの開発が盛んに行われている。以下に、従来の排ガスフィルタの構造について図4及び図5

を用いて説明する。

【0003】図4は従来の排ガスフィルタの斜視図であり、図5は従来の排ガスフィルタの一部断面図である。図4及び図5において、9は外周壁、10は格子、11は目付じ、12は格子壁、13はセルを示している。図4及び図5に示したように、排ガスフィルタは格子10に区切られたセラミックス等のハニカム構造体からなる。格子壁12には多数の空孔を有しており、格子壁12によって仕切られたセル13の一端には目付じ11がなされ、この目付じ11は隣り合うセル13では反対側の端面に形成されている。このような構成を有する排ガスフィルタ内に流入した排気ガスは、格子壁12の空孔を通して図5の矢印で示したように隣のセルへ移動するが、その際に排気ガスに含まれる粒子状物質がろ過されて排ガスフィルタに捕集される。この粒子状物質の捕集量が所定の値に達すると、粒子状物質を燃焼させて排ガスフィルタより除去する排ガスフィルタの再生が行われる。すなわち、排ガスフィルタは粒子状物質の捕集と排ガスフィルタの再生を繰り返して使用される。排ガスフィルタの再生は、排気ガスの流入側又は流出側に設置された電気ヒータによって粒子状物質を加熱・着火して燃焼させる電気ヒータ方式が主として用いられている。この時の燃焼温度は、排ガスフィルタ内に供給される空気の流量等によって制御されるが、実際には排ガスフィルタに粒子状物質が燃焼している部分と燃焼していない部分が存在する。したがって、このような熱勾配によって発生する応力に対して十分な耐久性を有するように、熱膨張率が小さく、耐振動性及び耐熱衝撃性に優れた排ガスフィルタが要求されている。

【0004】このような要求に対して、従来コーゼライトを用いた排ガスフィルタが使用されてきたが、排ガスフィルタでは再生時に通常の燃焼温度よりも非常に高い温度で燃焼される異常燃焼を生じることがあり、これによってコーゼライトは溶損してしまうという問題を有していた。この異常燃焼は、排ガスフィルタに捕集される粒子状物質の量を正確に検知することが困難であり、現状では実際の捕集量が再生の目安となる目標値に対して $\pm 40\%$ 程度も異なることに起因している。すなわち、目標値よりも多量の粒子状物質が捕集された場合に、粒子状物質の燃焼が意図的に促進されることによって異常燃焼が生じる。また、コーゼライトからなる排ガスフィルタでは、 1400°C 程度までは形状を維持することが可能であることから、異常燃焼時には排ガスフィルタがこれよりも高い温度にまで達していると推定される。このような異常燃焼によって、排ガスフィルタが溶損又は形状変化するなど粒子状物質の捕集能力が低下するばかりでなく、排ガスフィルタの各セルにおける捕集量にばらつきを生じて新たな溶損を誘発し、ついには排ガスフィルタの機能が低下してエンジンに異常をきたす可能性もある。そこで、コーゼライトに替わる

材料として、チタン酸アルミニウムを用いた排ガスフィルタの開発が行われてきた。チタン酸アルミニウムの溶融温度は1700℃以上でコージェライトに比べて耐熱性が良く、排ガスフィルタの異常燃焼に対しても優れた耐久性を有している。一方、結晶粒の異方性によるマイクロクラックの存在で機械的強度が低く、750～1200℃付近でアルミナとチタニアに分解して熱膨張が大きくなるという問題も有していた。このような問題に対して、特開昭63-11585号公報に開示されているようにチタン酸アルミニウムに1～10重量%のSiO₂と、1～10重量%のAl₂O₃と、0.1～5重量%のFe₂O₃を添加したり、特開平1-249657号公報に開示されているようにチタン酸アルミニウムに1～10重量%のMgOと、0.5～10重量%のSiO₂を添加して、焼結体とする技術が提案されてきた。これらの添加成分は、チタン酸アルミニウムとの固溶体として存在することによって、チタン酸アルミニウムの結晶粒間の強度を向上させるとともに、チタン酸アルミニウムの分解を抑制する作用がある。特に、チタン酸アルミニウムの結晶粒径が比較的小さい場合や焼結体の焼結密度が高い場合に効果的に作用する。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記従来のチタン酸アルミニウムを用いた排ガスフィルタでは、焼結体の熱膨張率を低くするために1450℃以上の高温で焼成する必要があり、チタン酸アルミニウムの結晶粒径が小さいと焼成時の収縮率が大きく寸法精度が悪くなるという問題点を有していた。一方、チタン酸アルミニウムの結晶粒径が大きき場合、焼結体の寸法精度が良くなるとともに結晶粒の比表面積が小さいことからチタン酸アルミニウムの分解を抑制される傾向にあるが、機械的強度が著しく低下して耐振動性及び耐熱衝撃性が損なわれるという問題点を有していた。

【0006】本発明は上記従来の問題点を解決するものであり、寸法精度が良く、耐振動性及び耐熱衝撃性に優れた排ガスフィルタを提供することを目的としている。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、(a)チタン酸アルミニウムからなる第一粒子と、(b)少なくとも第一粒子よりも平均粒径の小さいチタン酸アルミニウムからなる第二粒子又は少なくとも第一粒子よりも平均粒径の小さいアルミナ及びチタニアからなる第二粒子と、(c)SiO₂成分と、を含む混合物を焼結したハニカム構造体からなる排ガスフィルタであって、混合物中における第一粒子の重量が第二粒子の重量よりも多く、SiO₂成分が前記混合物の全重量に対して2～9重量%含まれている構成よりなる。この構成により、寸法精度が良く、耐振動性及び耐熱衝撃性に優れた排ガスフィルタを提供することが可能となる。

【0008】

【発明の実施の形態】本発明の請求項1に記載の発明は、(a)チタン酸アルミニウムからなる第一粒子と、(b)少なくとも第一粒子よりも平均粒径の小さいチタン酸アルミニウムから構成される第二粒子と、(c)SiO₂成分と、を含む混合物を焼結したハニカム構造体からなる排ガスフィルタであって、混合物中における第一粒子の重量が第二粒子の重量よりも多く、SiO₂成分が混合物の全重量に対して2～9重量%含まれていることとしたものであり、寸法精度が良く、耐振動性及び耐熱衝撃性に優れた排ガスフィルタが得られるという作用を有する。SiO₂成分の重量比が、2重量%よりも小さくなるにつれてチタン酸アルミニウムの分解反応が起こり易くなる傾向を生じ、9重量%よりも大きくなるにつれて焼成時の収縮率が大きくなる傾向を生じるので、いずれも好ましくない。

【0009】本発明の請求項2に記載の発明は、(a)チタン酸アルミニウムからなる第一粒子と、(b)少なくとも第一粒子よりも平均粒径の小さいチタニア及びアルミナから構成される第二粒子と、(c)SiO₂成分と、を含む混合物を焼結したハニカム構造体からなる排ガスフィルタであって、混合物中における第一粒子の重量が第二粒子の重量よりも多く、SiO₂成分が混合物の全重量に対して2～9重量%含まれていることとしたものであり、寸法精度が良く、耐振動性及び耐熱衝撃性に優れた排ガスフィルタが得られるという作用を有する。SiO₂成分の重量比が、2重量%よりも小さくなるにつれてチタン酸アルミニウムの分解反応が起こり易くなる傾向を生じ、9重量%よりも大きくなるにつれて焼成時の収縮率が大きくなる傾向を生じるので、いずれも好ましくない。

【0010】本発明の請求項3に記載の発明は、請求項1又は2の内のいずれか1に記載の発明において、第一粒子の平均粒径が、11～28μmであることとしたものであり、排ガスフィルタの寸法精度を向上させるとともに、チタン酸アルミニウムの分解反応が抑制されるという作用を有する。第一粒子の平均粒径が、11μmよりも小さいとチタン酸アルミニウムの分解反応が起こり易くなる傾向を生じ、28μmよりも大きいと排ガスフィルタの機械的強度が低下する傾向を生じるので、いずれも好ましくない。

【0011】本発明の請求項4に記載の発明は、請求項1乃至3の内のいずれか1に記載の発明において、第二粒子の平均粒径が、0.5～2μmであることとしたものであり、焼結時の収縮を抑制することによって排ガスフィルタの寸法精度が向上するという作用を有する。第二粒子の平均粒径が、0.5μmよりも小さいと焼成時の収縮率が大きくなる傾向を生じ、2μmよりも大きいと排ガスフィルタの機械的強度が低下する傾向を生じるので、いずれも好ましくない。

【0012】本発明の請求項5に記載の発明は、請求項

1乃至4の内のいずれか1に記載の発明において、ハニカム構造体の格子壁の壁面における第一粒子の占める面積 S_a と第二粒子の占める面積 S_b の比 S_b/S_a が、0.02~0.10であることとしたものであり、粒径が小さいチタン酸アルミニウムの割合を低くすることによって、チタン酸アルミニウムの分解を効果的に抑制することができるとい作用を有する。 S_b/S_a が、0.02よりも小さいと排ガスフィルタの機械的強度が低下する傾向を生じ、0.10よりも大きいとチタン酸アルミニウムの分解反応が起こり易く焼成時の収縮率が大きくなる傾向を生じるので、いずれも好ましくない。

【0013】本発明の請求項6に記載の発明は、請求項1乃至5の内のいずれか1に記載の発明において、ハニカム構造体の外周壁の厚み T_a と格子壁の厚み T_b の比 T_a/T_b が、1.0~3.0であることとしたものであり、ハニカム構造体の外周部における機械的強度が向上するという作用を有する。 T_a/T_b が、1.0よりも小さいと機械的強度が低下する傾向を生じ、3.0よりも大きいとハニカム構造体形成する際の外周部の成形性が悪くなる傾向を生じるので、いずれも好ましくない。

【0014】本発明の請求項7に記載の発明は、請求項2乃至6の内のいずれか1に記載の発明において、ハニカム構造体の格子壁において、チタニア及びアルミナから合成されたチタン酸アルミニウムの平均粒径が1~3 μm であることとしたものであり、第1粒子であるチタン酸アルミニウムの分解反応が抑制されるとともに、ハニカム構造体の強度が向上するという作用を有する。合成されたチタン酸アルミニウムの平均粒径が、1 μm よりも小さいと焼成時の収縮率が大きくなる傾向を生じ、3 μm よりも大きいと排ガスフィルタの機械的強度が低下する傾向を生じるので、いずれも好ましくない。

【0015】以下に、本発明の実施の形態の具体例について説明する。本発明の一実施の形態における排ガスフィルタを図1~図3により説明する。

【0016】図1は本発明の一実施の形態における排ガスフィルタの斜視図であり、図2は本発明の一実施の形態における排ガスフィルタの一部断面図であり、図3は本発明の一実施の形態における排ガスフィルタの格子壁の拡大模式図である。図1~図3において1は外周壁、2は格子、3は目封じ、4は格子壁、5はセル、6は第1粒子、7は第2粒子又はチタニアとアルミナから合成されたチタン酸アルミニウム、8は空孔を示している。図1~図3に示したように、本実施の形態における排ガスフィルタは格子2に区切られたハニカム構造体からなり、格子壁4には多数の空孔8を有しており、格子壁4によって仕切られたセル5の一端には目封じ3がなされ、この目封じ3は隣り合うセルでは反対側の端面に形成されている。このような構成を有する排ガスフィルタ内に流入した排気ガスは、格子壁4の空孔8を通して図

2の矢印で示したように隣のセルへ移動するが、その際に空孔8で排気ガスに含まれる粒子状物質が通ることで排ガスフィルタに捕集される。本実施の形態における排ガスフィルタが従来例と異なっているのは、図3に示したようにチタン酸アルミニウムからなる第1粒子と、第1粒子よりも粒径の小さいチタン酸アルミニウムからなる第2粒子又は第1粒子よりも粒径の小さいチタニア及びアルミナから合成された第1粒子よりも粒径の小さいチタン酸アルミニウムを含んでいることである。この構成により、焼結時の収縮率を小さくできるとともに、排ガスフィルタの機械的強度を向上させることが可能となる。

【0017】以上のように、本実施の形態によれば、寸法精度が良く、耐振動性及び耐熱衝撃性に優れた排ガスフィルタを提供することが可能となる。

【0018】尚、本実施の形態においては、円柱状のハニカム構造体としたが、特にこの形状に限定されるものではない。また、格子の形状を四角形としたが、特にこれに限定されるものではなく、三角形、六角形、その他の多角形、円形等のいずれの形状でもよい。

【0019】次に、本発明を実施例、実験例及び比較例により説明する。

【0020】

【実施例】

【実施例】98重量部の平均粒径11 μm のチタン酸アルミニウムからなる第1粒子と2重量部の SiO_2 との混合物と、2重量部の平均粒径0.5 μm のチタン酸アルミニウムからなる第2粒子と2重量部の SiO_2 との混合物を混合したセラミックス混合物を得た。尚、本実施例における平均粒径は、レーザー粒度分布計測器により測定した粒径の算術平均値である。このセラミックス混合物100重量部に対して、空孔を形成するための造孔剤として樹脂粉末11重量部と、結合剤としてメチルセルロース14重量部をミキサーで乾式混合した混合物を得た。この混合物に、セラミックス混合物100重量部に対して5重量部の可塑剤であるグリセリンと、25重量部の水を加えた後、ニーダー及び3本ローラーによって混合・混練し、坯土状の混合物を得た。この坯土状混合物を押出し成形機により、外径14.2mm、長さ15.2mmの円柱状で格子壁の厚さが約0.4mm、そのピッチが約3mmであるハニカム構造体形成した。このハニカム構造体を90℃で乾燥・硬化させた後、ハニカム構造体形成された各セルの所定の端部から、上記坯土状の混合物と同様な組成のスラリーを深さ5~10mmまで流し込み、乾燥・硬化させて目封じを形成した。この目封じが形成されたハニカム構造体を電気炉にて1500℃で4時間焼成して、排ガスフィルタを製作した。本実施例における排ガスフィルタについて、外周壁の厚み T_a と格子壁の厚み T_b を測定した結果、 T_a/T_b は1.0であった。また、本実施例における排ガ

フィルタの格子壁を電子顕微鏡により観察した。撮影した壁面の写真からは、粒径の違いから第一粒子と第二粒子の判別が可能であり、壁面の写真を図形処理することにより第一粒子の占める面積 S_a と第二粒子の占める面積 S_b を算出した結果、 S_a/S_b は0.02であった。

【0021】次に、本実施例における排ガスフィルタに*

$$\text{焼成収縮率}(\%) = 100(L_1 - L_2) / L_1 \cdots (式1)$$

機械的強度は、排ガスフィルタ中を流れる排気ガスの流路方向における圧縮強度を万能試験機を用いて10回測定し、その平均値を算出した。耐振動性試験は、排ガスフィルタの外周を約5mm厚のインターラム3M断熱材で被覆してから、ケーシングとして1.5mm厚のステンレス製容器に収納した後、過湿度振動複合加速試験器により自動車部品振動試験方法JIS-D1601に準拠して振動数67Hz、振動加速度10Gの条件で行った。また、振動時間は上下に4時間、左右に2時間、前後に2時間とした。上記耐振動性試験を行った後、圧力損失測定装置を用いて排ガスフィルタに空気を流通させた時の流入時と流出時の圧力差を測定した。尚、耐振動性試験の評価は、流入時と流出時の圧力差がほぼゼロである場合のみ破壊がなかったものと判定した。耐熱衝撃性試験では、排ガスフィルタにアセチレンカーボンを含む空気を通気し、所定量捕集させた後、排ガスフィルタ内に空気を供給しながら排ガスフィルタの流出部近傍に配設された電気ヒータにより加熱して、捕集されたアセチレンカーボンを燃焼させる捕集・再生サイクルを繰り返した。この捕集・再生サイクルにおいて、再生直後の捕集の際に排ガスフィルタの流出部にペーパーを数秒間さした後に、このペーパーの光の透過度をスモークメ

*について測定した焼成収縮率及び機械的強度の測定方法並びに本実施例における排ガスフィルタについて実施した耐振動性試験及び耐熱衝撃性試験の試験方法を説明する。焼成収縮率は、焼成前の排ガスフィルタの外径 L_1 と焼成後の排ガスフィルタの外径 L_2 から(式1)により算出した。

【0022】

$$\text{式1}$$

ータにより測定し、この測定値が1%以上となったところで排ガスフィルタが破壊したものと判断した。尚、耐熱衝撃性試験における設定捕集量は、排ガスフィルタの単位体積当たり約0.01g/cm³、電気ヒータ温度は600~700℃、供給空気の流量は0.06m³/minとし、50回再生しても破壊が認められない場合は、耐熱衝撃性に優れるものと判断して試験を中止した。参考値までに、上記条件で排ガスフィルタを使用しない場合のスモークメータの測定値は約40%であった。

【0023】本実施例における排ガスフィルタの焼成収縮率は11%、機械的強度は72kgf/cm²であり、耐振動性試験については破壊が認められず、耐熱衝撃性試験においても50回再生を繰り返して破壊が認められなかったことから、本実施例における排ガスフィルタが優れた耐振動性及び耐熱衝撃性を有することが判った。

【0024】(実験例)実施例と同様な手法により、(表1)に示した組成の混合物を焼成して排ガスフィルタを作製した。

【0025】

【表1】

試料 No.	第1粒子		第2粒子		SiO ₂ の重量比 (重量%)
	チタン酸 アルミニウム	チタン酸 アルミニウム	チタニア+ アルミナ		
	粒径 (μm)	配合比 (重量部)	粒径 (μm)	配合比 (重量部)	
A	1	11 98	0.5 2	—	2
	2	11 98	0.5 2	—	9
	3	11 90	0.5 10	—	2
	4	11 90	0.5 10	—	9
	5	26 98	0.5 2	—	2
	6	26 98	0.5 2	—	9
	7	26 90	0.5 10	—	2
	8	26 90	0.5 10	—	9
	9	11 98	—	0.5 2	2
	10	11 90	—	0.5 10	9
	11	26 98	—	0.5 2	2
	12	26 90	—	0.5 10	9
B	13	11 98	2 2	—	2
	14	11 98	2 2	—	9
	15	11 90	2 10	—	2
	16	11 90	2 10	—	9
	17	26 98	2 2	—	2
	18	26 98	2 2	—	9
	19	26 90	2 10	—	2
	20	26 90	2 10	—	9
	21	11 98	—	2 2	2
	22	11 90	—	2 10	9
	23	26 98	—	2 2	2
	24	26 90	—	2 10	9
C	25	11 98	0.5 2	—	2
	26	11 90	0.5 10	—	9
	27	26 98	0.5 2	—	2
	28	26 90	0.5 10	—	9
D	29	11 98	2 2	—	2
	30	11 90	2 10	—	9
	31	26 98	2 2	—	2
	32	26 90	2 10	—	9

【0026】(表1)において、第1粒子及び第2粒子の配合比とは第1粒子と第2粒子のみの配合比を重量部で示したものであり、SiO₂の重量比とは第1粒子と第2粒子とSiO₂の混合物の全重量に対するSiO₂の重量比を示したものである。また、第2粒子がチタニア及びアルミナである場合、チタニアとアルミナはモル比で1:1に混合されたものであり、上記配合比の算出はこのモル比1:1の混合物の重量を用いている。次に、(表1)におけるA群、B群、C群、D群の区分について説明する。A群及びB群は、第2粒子であるチタン酸アルミニウム又はチタニアとアルミナの平均粒径を0.5 μ mとして、第1粒子であるチタン酸アルミニウムの粒径、第1粒子と第2粒子の配合比、SiO₂の重量比を変えた試料を示している。B群及びD群は、第2粒子であるチタン酸アルミニウム又はチタニアとアルミナの

平均粒径を2 μ mとして、第1粒子であるチタン酸アルミニウムの粒径、第1粒子と第2粒子の配合比、SiO₂の重量比を変えた試料を示している。また、A群及びB群の試料から焼成したハニカム構造体の形状及び寸法は実施例のものと同じであるが、C群及びD群の試料から焼成したハニカム構造体については、外周壁の厚さをC群では約0.6mm、D群では約1.2mmとしてその他の形状及び寸法については実施例のものと同じとした。

【0027】(比較例)比較のために、実施例と同様な手法により、(表2)に示した組成の混合物を焼成して排ガスフィルタを作製した。

【0028】

【表2】

試料 No.	第1粒子			第2粒子			SiO ₂ の重量比 (重量%)
	チタン酸 アルミニウム 粒径 (μ m)	配合比 (重量部)		チタン酸 アルミニウム 粒径 (μ m)	配合比 (重量部)		
E	33	2	100	—	—	—	2
	34	11	100	—	—	—	9
	35	25	100	—	—	—	9
F	36	11	90	0.5	10	—	1
	37	25	90	0.5	10	—	1
	38	11	90	—	—	0.5	10
	39	25	90	—	—	0.5	10
G	40	11	98	0.5	2	—	12
	41	25	98	0.5	2	—	12
	42	11	98	—	—	0.5	2
	43	25	98	—	—	0.5	2

【0029】(表2)において、第1粒子及び第2粒子の配合比、SiO₂の重量比は、(表1)に記載のものと同様である。次に、(表2)におけるE群、F群、G群の区分について説明する。E群は、平均粒径が1種類のチタン酸アルミニウムとSiO₂の混合物からなる試料であり、F群及びG群は、本発明における第1粒子及び第2粒子を使用しているが、SiO₂の重量比が本発明の範囲にない試料である。また、これらの試料から焼成したハニカム構造体は、すべてその形状及び寸法が

施例と同じとなるようにした。

【0030】(表1)、(表2)に示した実施例、比較例の各試料について、Sa/Sbを求めた値と、実施例と同様な方法により測定した焼成収縮率及び機械的強度の測定値、さらに実施例と同様な方法により実施した耐振動性試験の試験結果及び耐熱衝撃試験の再生回数を(表3)、(表4)にそれぞれ示した。

【0031】

【表3】

試料 No.	格子壁の チタン酸 アルミ ニウムの 粒径(μm)	Sb/Sa	Ta/Tb	焼成 収縮率 (%)	強度 (kgf/cm^2)	振動 試験	再生 回数
A	1	—	0.02	1.0	11	72	破壊
	2	—	0.02	1.0	13	81	なし
	3	—	0.10	1.0	13	77	なし
	4	—	0.10	1.0	15	92	なし
	5	—	0.02	1.0	10	68	なし
	6	—	0.02	1.0	12	76	なし
	7	—	0.10	1.0	12	75	なし
	8	—	0.10	1.0	14	85	なし
	9	1	0.02	1.0	11	70	なし
	10	1	0.10	1.0	15	94	なし
	11	1	0.02	1.0	10	67	なし
	12	1	0.10	1.0	14	86	なし
B	13	—	0.02	1.0	10	67	なし
	14	—	0.02	1.0	12	77	なし
	15	—	0.10	1.0	12	72	なし
	16	—	0.10	1.0	14	88	なし
	17	—	0.02	1.0	9	64	なし
	18	—	0.02	1.0	11	74	なし
	19	—	0.10	1.0	11	71	なし
	20	—	0.10	1.0	13	81	なし
	21	3	0.02	1.0	10	66	なし
	22	3	0.10	1.0	14	89	なし
	23	3	0.02	1.0	9	64	なし
	24	3	0.10	1.0	13	82	なし
C	25	—	0.02	1.5	11	—	なし
	26	—	0.10	3.0	15	—	なし
	27	—	0.02	1.5	10	—	なし
	28	—	0.10	3.0	14	—	なし
D	29	—	0.02	1.5	10	—	なし
	30	—	0.10	3.0	14	—	なし
	31	—	0.02	1.5	9	—	なし
	32	—	0.10	3.0	13	—	なし

【0032】

* * 【表4】

試料 No.	格子壁の チタン酸 アルミ ニウムの 粒径(μm)	Sb/Sa	Ta/Tb	焼成 収縮率 (%)	強度 (kgf/cm^2)	振動 試験	再生 回数
E	33	—	—	1.0	21	—	—
	34	—	—	1.0	14	35	破壊
	35	—	—	1.0	13	32	破壊
F	36	—	0.10	1.0	11	38	破壊
	37	—	0.10	1.0	10	34	破壊
	38	1	0.10	1.0	11	38	破壊
	39	1	0.10	1.0	10	34	破壊
	40	—	0.02	1.0	23	—	—
G	41	—	0.02	1.0	22	—	—
	42	1	0.02	1.0	23	—	—
	43	1	0.02	1.0	22	—	—

【0033】また、(表3)及び(表4)には、第2粒子にチタニアとアルミナを用いた試料を焼成した排ガスフィルタの格子壁の顕微鏡観察から、チタニアとアルミ

ナより合成されたチタン酸アルミニウムについて求めた平均粒径も示した。尚、焼成収縮率が20%を超えた試料については、外見的に焼成前と形状が著しく異なっ

いたため、機械的強度の測定と耐振動性試験及び耐熱衝撃性試験は行わなかった。また、(表1)のC群及びD群の試料については、他の試料と外周壁の厚さが異なることから、機械的強度の測定は行わず、焼成収縮率と耐振動性試験の結果及び耐熱衝撃性試験の再生回数を(表3)に示した。

【0034】(表3)と(表4)のE群との比較から、平均粒径が1種類のチタン酸アルミニウムを用いた比較例における排ガスフィルタに対して、実験例における排ガスフィルタは耐振動性及び耐熱衝撃性に優れるとともに、焼成収縮率も小さいことが判った。また、(表3)と(表4)のF群及びG群との比較から、 SiO_2 の重量比を2〜9重量%とした実験例における排ガスフィルタは、耐振動性及び耐熱衝撃性に優れるとともに、焼成収縮率も小さいことが判った。

【0035】尚、実施例及び実験例、比較例における排ガスフィルタの空孔径は、7〜11 μm 、空孔率は33〜38%であった。

【0036】

【発明の効果】以上のように本発明によれば、排ガスフィルタの寸法精度を良くすることができることから、生産性及び量産性の良い排ガスフィルタを提供することが可能になるという優れた効果が得られる。また、本発明*

*によれば、排ガスフィルタの耐振動性及び耐熱衝撃性を向上させることができることから、耐久性及び長期信頼性に優れた排ガスフィルタを提供することが可能になるという優れた効果が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施の形態における排ガスフィルタの斜視図

【図2】本発明の一実施の形態における排ガスフィルタの一部断面図

10 【図3】本発明の一実施の形態における排ガスフィルタの格子壁の拡大模式図

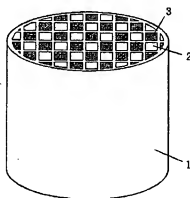
【図4】従来の排ガスフィルタの斜視図

【図5】従来の排ガスフィルタの一部断面図

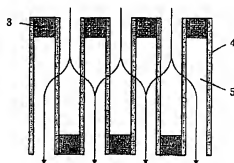
【符号の説明】

- 1、9 外周壁
- 2、10 格子
- 3、11 目封じ
- 4、12 格子壁
- 5、13 セル
- 6 第1粒子
- 7 第2粒子又はチタニアとアルミナから合成されたチタン酸アルミニウム
- 8 空孔

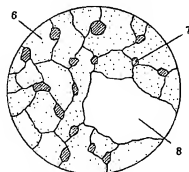
【図1】



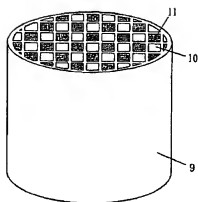
【図2】



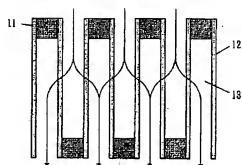
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 池田 幸則
大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(72)発明者 渡辺 浩一
大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内